Saint-Gobain IndustrieKeramik Rödental GmbH

> München, 9. Februar 2005 T 82157 WO (BO/LE/CR)

Geänderte Patentansprüche (Reinfassung)

- 1. Verfahren zur Herstellung eines porösen Keramikkörpers, insbesondere einer Filtermembran, welches folgende Schritte umfasst:
 - A) Auswählen eines ersten Keramikpulvers (Grobkorn) mit einer ersten Korngrößenklasse,
 - B) Auswählen eines zweiten Keramikpulvers (Feinkorn) mit einer zweiten Korngrößenklasse, welche mit Abstand kleiner als die erste Korngrößenklasse ist; wobei als Keramikkörner sowohl für das erstes als auch das zweite Keramikpulver im Wesentlichen neben unvermeidbaren Verunreinigungen ausschließlich α -SiC-Körner eingesetzt werden;
 - C) Mischen der beiden Keramikpulver zur Herstellung eines Pulvers mit bimodaler Korngrößenverteilung und Formen eines Formkörpers aus dem Pulvergemisch sowie D) Erhitzen und Auslagern des Formkörpers bei einer Temperatur und für eine Zeitdauer, so dass durch Rekristallisation des Formkörpers die Körner mit der zweiten Korngröße aufgelöst werden und durch Anlagerung des Materials der zweiten Keramikkörner an die ersten Keramikkörner diese untereinander fest verbunden werden; E) schichtweise Wiederholung der Schritte A) bis D) mit Keramikpulvern unterschiedlicher Korngrößen, insbesondere kleiner werdenden mittleren Korngrößen, so dass bei dem Keramikkörper quer zu den Schichten ein Gradient bezüglich der mittleren Korngröße eingestellt wird.
- Verfahren nach Anspruch 1
 dadurch gekennzeichnet, dass

die Körner des ersten und/oder zweiten Keramikpulvers eine definierte maximale und/oder minimale Korngröße aufweisen.

3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2

dadurch gekennzeichnet, dass

im Verfahrensschritt C) die Keramikpulver in einer Schlämme vorliegen und die Formgebung über Gießen erfolgt.

- Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche dadurch gekennzeichnet, dass vor dem Verfahrensschritt D) ein Trocknungsschritt erfolgt.
- 5. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche dadurch gekennzeichnet, dass das Mischungsverhältnis zwischen erstem und zweitem Keramikpulver (Grobkorn/Feinkorn) im Bereich von 6:1 bis 1:1, vorzugsweise 4:1 bis 2:1 liegt.
- 6. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche

dadurch gekennzeichnet, dass

das Größenverhältnis zwischen der mittleren Korngröße oder der kleinsten Körnung des ersten Keramikpulvers und der mittleren Korngröße oder der größten Körnung des zweiten Keramikpulvers (Grobkorn/Feinkorn) im Bereich von 6:1 bis 2:1, vorzugsweise bei 3:1 liegt.

7. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche

dadurch gekennzeichnet, dass

für die ersten und zweiten Keramikkörner Chargen mit enger Korngrößenverteilung eingesetzt werden.

8. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche dadurch gekennzeichnet, dass sowohl für die ersten Keramikkörner Kornbänder oder Korngemische mit definierter Ober- und Unterkorngröße als auch für die zweiten Keramikkörner Kornbänder bzw. Korngemische mit definierter Oberkorngrenze eingesetzt werden, wobei das Größenverhältnis zwischen der feinsten Kornfraktion der ersten Keramikkörner und der größten Kornfraktion der zweiten Keramikkörner von mindestens 2:1 gewählt wird.

9. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche

dadurch gekennzeichnet, dass

das Formen des Formkörpers im Verfahrensschritt C) auf einem Substrat, insbesondere in Porenkanälen eines porösen Keramikkörpers aus dem gleichen Material erfolgt.

10. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche

dadurch gekennzeichnet, dass

die Keramikkörner aus Nicht-Oxid-Keramik sind und insbesondere sortenrein sind

11. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche

dadurch gekennzeichnet, dass

für eine erste Schicht die Korngrößen des ersten Keramikpulvers im Bereich von 6,5 μm (FEPA 800) bis 23 μm (FEPA 360) liegen, für eine zweite Schicht im Bereich von 1,5 μm (JIS 7000) bis 6,5 μm (FEPA F800) und für eine dritte Schicht im Bereich von 0,5 μm (JIS 10000) bis 2 μm (JIS 6000) liegen , wobei als zweites Keramikpulver für die erste Schicht vorzugsweise JIS6000, für die zweite Schicht JIS9000 und für die dritte Schicht JIS20000 oder jeweils äquivalente Kornbänder eingesetzt werden

12. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche

dadurch gekennzeichnet, dass

die Temperatur und die Brenndauer im Verfahrensschritt D) so gewählt wird, dass nahezu keine Körner des zweiten Keramikpulvers im Gefüge des fertigen Keramikkörpers mehr vorhanden sind und gleichzeitig die Korngröße möglichst nahe im Bereich der Ausgangskorngröße des ersten Keramikpulvers bleibt und somit Riesenkornwachstum vermieden wird.

13. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche

dadurch gekennzeichnet, dass

für das erste Keramikpulver Korngrößen im Bereich von 0,9 μ m bis 17 μ m und für das zweite Keramikpulver Korngrößen im Bereich von 0,2 μ m bis 3 μ m verwendet werden.

- 14. Poröser Keramikkörper, insbesondere hergestellt nach einem Verfahren gemäß einem der vorhergehenden Ansprüche, einer im Wesentlichen homogenen Struktur aus miteinander verbundenen, offenen Poren und Keramikkörnern, wobei die Keramikkörner eine im Wesentlichen abgerundete Form aufweisen, und wobei sowohl die Keramikkörner als auch die Poren im Wesentlichen in zumindest definierten Bereichen in einem engen Korngrößen- bzw. Porengrößenbereich liegen, dadurch gekennzeichnet, dass die definierten Bereiche enger Korn- bzw. Porengrößenverteilung als Schichten auf einem grobporösen Träger oder insbesondere in Porenkanälen eines grobporösen Trägers vorliegen, und dass der Körper bis auf unvermeidbare Verunreinigungen ausschließlich aus rekristallisiertem RSiC besteht.
- 15. Keramikkörper nach einem der Ansprüche 13 bis 14
 dadurch gekennzeichnet, dass
 die Keramikkörner im Wesentlichen vollständig in kristalliner Form vorliegen.
- 16. Keramikkörper nach einem der Ansprüche 11 bis 15dadurch gekennzeichnet, dassder Keramikkörper im Wesentlichen frei von Schmelzphase ist.
- 17. Keramikkörper nach einem der Ansprüche 11 bis 16
 dadurch gekennzeichnet, dass
 die Keramikkörner aus Nicht-Oxid-Keramik sind und insbesondere sortenrein sind.

18. Keramikkörper nach einem der Ansprüche 11 bis 15

dadurch gekennzeichnet, dass

er eine ausreichende Festigkeit zum Einsatz als Filtermembran, insbesondere in einem Cross-flow Membranfilter aufweist.

- 19. Filter, insbesondere Cross-flow Membranfilter, mit einem Keramikkörper nach einem der vorhergehenden Produktansprüche, insbesondere einer SiC-Membran, auf einem grobporösen Träger, insbesondere SiC-Träger, vorzugsweise hergestellt nach einem der vorhergehenden Verfahrensansprüche.
- 20. Filter nach Anspruch 19,

dadurch gekennzeichnet, dass

er mit einer zweilagigen Membran bei 1 bar TMP im Test mit Wasser einen Fluss von grösser 5, vorzugsweise 6, insbesondere 8 m³ pro m², bar und Stunde oder mit einer dreilagigen Membran von grösser 3, vorzugsweise 4, insbesondere 6 m³ pro m², bar und Stunde aufweist.

21. Filter nach Anspruch 19 oder 20,

dadurch gekennzeichnet, dass

der Filter weiterhin eine Schicht aus poröser Oxidkeramik insbesondere für die Nano-Filtration umfasst.